

2017

VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS-GRAVIMETRÍA



ADRIANA SEGURA
ELIANA CONEO

INFORME FINAL DE PROYECTO DE GRADO APLICADO

PROCESO DE VALIDACIÓN DE METODO GRAVIMÉTRICO

**ADRIANA SEGURA
ELIANA CONEO**

**PRESENTADO A:
INGENIERA ALEJANDRA OLMEDO MEZA
ZOOTECNISTA CARLOS OROZCO GALLARDO**

**UNIVERSIDAD NACIONAL ABIERTA Y A DISTANCIA
UNAD**

PROGRAMA DE INGENIERÍA AMBIENTAL

**BARRANQUILLA
2017**

DEDICATORIA

A Dios por su guía y misericordia, a mis padres por su apoyo a mis profesores por su dedicación durante ésta etapa de instrucción académica, a Control de Contaminación Ltda., por la oportunidad y contribuir con mi formación profesional.

Adriana Segura

Dedico este trabajo de grado principalmente a Dios, a mi Mama y hermana por haberme apoyado en todo momento y por creer en mí, a mi hijo quien es mi mayor motivación. A mis profesores, por su contribución como dirección en cada trabajo, a cada una de las personas que de alguna manera contribuyeron a que lograra esta meta.

Eliana Coneo

AGRADECIMIENTOS

Agradezco inmensamente a Dios por haberme permitido trazarme este objetivo, pero sobre todo porque hoy está casi cumplido, gracias a su guía.

A mis padres y mi esposo, que siempre me motivaron a continuar, aunque por momentos parecían ser más grandes las adversidades, siempre conté con su compañía, pero sobre todo a mi hijo por ser mi mayor motivación.

Gracias a los tutores de la Universidad Nacional Abierta y a Distancia-Unad, en especial a los ingenieros Carlos Orozco y Alejandra Olmedo, que compartieron conmigo la mayoría del tiempo que duró mi formación académica.

A todos mis compañeros y amigos, de quienes me llevo enseñanzas y buenos recuerdos.

Adriana Segura

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por darme la fuerza y por haber iluminado mi camino para completar esta meta importante en mi vida.

A mi familia, por apoyarme y demostrarme que soy capaz de llegar a donde quiera, sin duda fueron ellos el mayor incentivo para ser capaz de completar este trabajo.

A mis tutores y consejeros, principalmente Alejandra Olmedo y Carlos Orozco, quienes me acogieron desde mi inicio en la UNAD, gracias por la enseñanza y dedicación.

Gracias a mis compañeros, amigos, y a todos los que participaron en este paso porque directa o indirectamente me hicieron crecer, tanto personal como profesionalmente.

Eliana Coneo

TABLA DE CONTENIDO

1. Contenido

1. RESUMEN	8
2. INTRODUCCIÓN	9
3. MARCO DE REFERENCIA.....	11
3.1 Aire	11
3.2 Contaminación Del Aire	12
3.3 Partículas Suspensas Totales PST y Material Particulado PM10	13
3.4 Método De Análisis.....	13
3.5 Método De Análisis Gravimétrico	13
3.6 Estadística.....	14
3.7 Validación De Un Método Analítico	15
4. MARCO LEGAL.....	17
5. MARCO CONCEPTUAL	20
5.1 Reconocimiento De La Organización	22
5.2 Proceso De Validación De Método Gravimétrico.....	22
5.3 Pasos A Seguir En El Proceso De Validación	23
5.4 Criterios A Evaluar En El Proceso De Validación	25
5.5 Criterios de Aceptación para Análisis Gravimétrico	26
5.6 Criterios Para Realizar Una Validación	27
6. OBJETIVOS	30
6.1 Objetivo General	30
6.2 Objetivos Específicos	30
7. JUSTIFICACION	31
8. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS PST Y PM10	43
9. CONCLUSIONES	45
10. REFERENCIAS	47

LISTADO DE TABLAS

TABLA 1 Análisis De Datos De Validación De PM10 En Filtro	32
TABLA 2 Estudio De R&R PM10	34
TABLA 3 Evaluación De La Incertidumbre PM10	34
TABLA 4 Criterios De Aceptación PM10	36
TABLA 5 Análisis De Datos De Validación De PST	37
TABLA 6 Estudio de R&R PST	40
TABLA 7 Evaluación de la Incertidumbre PST	41
TABLA 8 Criterios De Aceptación PST	42

LISTADO DE ANEXOS

ANEXO 1 Carta De Control De Contaminación	46
---	----

1. RESUMEN

La validación de un método analítico determina el rendimiento característico de un método, partiendo de la evaluación de parámetros como la exactitud, precisión, selectividad, linealidad y rango de trabajo, límites de detección y cuantificación, variaciones intralaboratorias e interlaboratorias.

De este modo, el presente proyecto se fundamentó en el desarrollo, implementación y prueba en condiciones reales del método gravimétrico para la determinación de PST y PM10, obteniendo resultados creíbles y adecuados a la calidad pretendida.

Con el recurso de la estadística se logró alcanzar el objetivo inicialmente propuesto, así como la validación del método estudiado.

2. INTRODUCCIÓN

La calidad del aire en Colombia representa uno de los retos más grandes debido al deterioro del mismo y que se puede ver reflejado en la proliferación de enfermedades respiratorias, disminución de la calidad de vida de los ciudadanos, aparición de smog fotoquímico y diferentes tipos de contaminantes.

Conociendo la importancia que tienen la validación de métodos para un laboratorio ambiental que preste servicios de ensayos y/o calibraciones, existe la necesidad de validar periódicamente el método gravimétrico en el laboratorio de Control de Contaminación Ltda., buscando conocer propiamente la linealidad de la balanza utilizada para los análisis de material particulado de los filtros de PST y PM10 en calidad del aire, asimismo conocer y controlar todas las variables que puedan afectar el ensayo y generar incertidumbre del dato emitido.

Los laboratorios ambientales en el país, juegan un papel importante en el control que pueden ejercer las autoridades ambientales jurisdiccionales, generando datos confiables a sus clientes, los cuales posteriormente presentan ante las corporaciones autónomas con la finalidad de dar cumplimiento a requerimientos hechos con antelación por las antes nombradas.

Para hablar de generación de datos confiables dentro de los laboratorios ambientales, es necesario conocer en que consiste un requisito que deben cumplir dichos laboratorios y es la Acreditarse ante el IDEAM y con ello cumplir una serie de requisitos propios de la entidad, además de la implementación y mantenimiento de un Sistema de Gestión de Calidad basado en la norma ISO/IEC17025, Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayos y Calibraciones, ésta cuenta con una parte altamente importante y son los requisitos técnicos, entre los cuales hay un requisito imprescindible para que el laboratorios genere datos exactos y precisos y ese requisito es la validación de métodos, siendo la conformación, mediante examen y aportación de evidencias objetivas de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto.

La validación es un paso fundamental para asegurar que los resultados entregados por dicho método son confiables. Cuando se realiza la validación de un método por parte del laboratorio, lo que se busca es poder determinar con fundamento estadístico que el método es adecuado para los fines previstos, paso fundamental para asegurar que los resultados entregados por dicho método son confiables. Cuando se realiza la validación de un método por parte del laboratorio, lo que se busca es poder determinar con fundamento estadístico que el método es adecuado para los fines previstos.

El presente ejercicio de validación se realizó en las instalaciones de la empresa Control de Contaminación Ltda., ubicada en la ciudad de barranquilla, acreditada ante el IDEAM por medio de la Resolución 2744 de diciembre de 2015, la cual amablemente permitió el uso de sus instalaciones, personal y equipos para llevar a cabo ésta investigación y autorizó que fueran publicado dichos resultados con fines académicos. (Anexo 1)

3. MARCO DE REFERENCIA

En esta sección se abordarán algunos conceptos relativos a la importancia de evaluar la calidad del aire, así como algunas de sus características y factores de contaminación. Se encuentra también una breve explicación sobre PST y PM10, su análisis y el método analítico utilizado, además de las bases estadísticas utilizadas en el desarrollo del proyecto.

3.1 Aire

El aire es un elemento clave que se está formado por una combinación de gases, vapor de agua y material particulado. Se trata, pues, de una sustancia vital para el mantenimiento de la vida en la tierra, al lado del agua y del suelo.

Los principales elementos que componen el aire son esencialmente el nitrógeno (78%) y el oxígeno (20.9%) y en pequeña cantidad de argón (0.90%), gas carbónico (0,03%), neón (0,0015%). (Barrow, 1975).

De acuerdo al Manual de educación Ambiental IV, la atmósfera es una capa de gases que rodea la Tierra. Tiene un espesor de 500Km y una composición prácticamente constante. El tiempo atmosférico ocurre dentro de la parte baja más densa de la atmósfera como resultado de la temperatura, la presión y las diferencias de humedad dentro del aire. La fuente de energía para impulsarlo procede del Sol que evapora agua y calienta la superficie de la tierra.

El viento se produce por la circulación del aire que se calienta en la superficie de la tierra. Las corrientes calientes como la del Ecuador hacen que el aire ascienda y las corrientes frías hacen que el aire descienda. El viento, es el resultado de los movimientos del aire a diferentes presiones.

El clima es el patrón del tiempo atmosférico que se da en una determinada zona a lo largo del tiempo. En las diferentes estaciones del año predominan más unos sistemas que otros. Por ejemplo, en el hemisferio norte es común que en verano se den sistemas de altas presiones y en invierno bajas presiones con la consecuencia de lluvias.

El equilibrio natural de componentes que tiene la atmósfera está en peligro debido a la actividad del hombre. La explotación de combustibles fósiles ha hecho que aumente la cantidad de dióxido de carbono y compuestos azufrados a la atmósfera. Esto puede provocar una alteración en el clima causando graves consecuencias para los seres vivos que habitamos en la tierra.

3.2 Contaminación Del Aire

La contaminación del aire o la contaminación atmosférica es un tema muy recurrente en la actualidad, puesto que con el crecimiento de las ciudades así como la expansión demográfica ha cambiado significativamente la calidad del aire que respiramos. Además de la expansión de las industrias y del aumento de los automóviles, muchos otros factores afectan la calidad del aire.

A mediados del siglo XVIII, con la Revolución Industrial, aumentó mucho la contaminación del aire. La quema del carbón mineral arrojaba en la atmósfera de las ciudades industriales europeas, toneladas de contaminantes. A partir de este momento, el ser humano tuvo que convivir con el aire contaminado. (Chavez, 2012).

La contaminación generada en las ciudades de hoy es resultado, principalmente, de la quema de combustibles fósiles como, por ejemplo, carbón mineral y derivados del petróleo (gasolina y diésel). La quema de estos productos ha lanzado una gran cantidad de monóxido de carbono y dióxido de carbono (gas carbónico) en la atmósfera. Estos dos combustibles son responsables de la generación de energía que alimenta a los sectores industrial, eléctrico y de transporte de gran parte de las economías del mundo. (Martinez & Diaz de mera, 2004).

Esta contaminación ha generado diversos problemas, la salud del ser humano, ha perjudicado los ecosistemas y el patrimonio histórico y cultural en general. Fruto de esta contaminación, la lluvia ácida mata plantas, animales y monumentos históricos. El clima también se ve afectado por la contaminación del aire.

3.3 Partículas Suspendidas Totales PST y Material Particulado PM10

(Fernandez, 2005) El termino partículas o material particulado (PM) se refiere a cualquier partícula solida o liquida de hollín, polvo, aerosoles, humos y nieblas. Algunas clasificaciones del PM incluyen partículas totales; partículas primarias y secundarias; partículas suspendidas totales (PST), partículas suspendidas (PS), partículas con diámetro aerodinámico menor que 10 micras (PM10), partículas con diámetro aerodinámico menor que 2.5 micras (PM2.5); así como partículas filtrables y condensables.

Las PST están integradas por toda la materia emitida como formas sólidas, liquidas y vapor, pero que están “suspendidas” en el aire como solidos o líquidos particulados.

El termino PM10 describe emisiones de partículas primarias con un diámetro menor de 10, este tamaño les permite entrar fácilmente en los espacios alveolares de los pulmones humanos, donde pueden depositarse y causar efectos adversos sobre la salud.

3.4 Método De Análisis

Como ya se mencionó este trabajo se desarrolló en torno a la determinación de PST y PM10; por lo tanto, en esta sección se presentarán los principios básicos y la fundamentación del método analítico usado.

3.5 Método De Análisis Gravimétrico

El termino gravimétrico se refiere a las mediciones de peso; así, se califica de gravimétrico todo método de análisis que termina con una operación de pesada. Se distinguen dos tipos de métodos analíticos gravimétricos.

En el primer tipo, la substancia a determinar se aísla de los otros constituyentes de la muestra en forma de un precipitado insoluble y el análisis se termina determinando el peso de este precipitado, o el de alguna substancia formada a partir del mismo por un tratamiento adecuado.

El segundo tipo general aprovecha la propiedad de la volatilidad, aislándose por destilación la sustancia a determinar. Se puede proceder luego a recoger y pesar el producto destilado, o, por el contrario, a medir la pérdida de peso resultante de dicha operación.

Métodos de precipitación: Se separa al analito de interés de la muestra mediante la formación de un precipitado insoluble.

Métodos de volatilización: Se separa al analito mediante destilación o sublimación, para posteriormente:

- Pesar el producto.
- Medir la pérdida de peso de la muestra.

Todo análisis gravimétrico se basa en la medición experimental de dos cantidades: el peso de muestra tomado y el peso de un compuesto de composición conocida obtenido a partir de dicha muestra. La conversión de estos datos en un número que exprese la concentración de sustancia buscada es un proceso relativamente sencillo.

Generalmente, se expresa el resultado en composición centesimal o tanto por ciento en peso:

$$\text{tanto por ciento de } A = \frac{\text{peso de } A}{\text{peso de muestra}} \times 100$$

En el caso más general, sin embargo, los datos experimentales no dan directamente el peso de A, sino el de algún compuesto que contiene a A, o que es químicamente equivalente a A. para convertir este peso hallado en la cantidad deseada, debe multiplicarse el dato experimental por una constante llamada factor químico o factor gravimétrico. (SKOOG & WEST, 1986).

3.6 Estadística

Se puede decir que la estadística es la ciencia de la ilación y la predicción, recurre al muestreo ya las teorías probabilísticas para explicar y predecir la frecuencia de la ocurrencia de eventos o fenómenos con un cierto grado de aleatoriedad asociada.

La estadística proporciona un conjunto de herramientas para el control de calidad, esenciales para un enfoque analítico completo. Estas herramientas sirven para, con criterios estadísticos, ayudar a tomar decisiones en la interpretación de los resultados, pudiendo facilitar la planificación de un determinado proceso/producto/servicio, haciéndose eficaces como instrumentos de soporte a la toma de decisiones por parte de todos los elementos involucrados en el procedimiento, ya que permiten anticipar fallas para planificar el proceso y promover la disminución de los costes asociados a la reevaluación del trabajo, los errores cometidos y los retrasos

En torno a este tema, existen dos temáticas importantes de explorar: el procedimiento seguido para el estudio de las pruebas estadísticas y la confrontación de valores.

3.7 Validación De Un Método Analítico

Uno de los principales requisitos en cualquier proceso que involucra análisis químicos es la obtención de datos de calidad que alcancen los objetivos propuestos. En este sentido, la validación de un método analítico es el proceso por el cual se establece, mediante estudios de laboratorio, que las características de desempeño del método cumplen con los requisitos para las aplicaciones analíticas previstas. El objetivo de la validación de un procedimiento analítico es demostrar que es apto para el propósito indicado.

La validación de un método analítico confiere una garantía de calidad operativa y de rendimiento analítico. A través de este proceso se procura demostrar que el método analítico en cuestión es adecuado para el análisis de la muestra a la que va a ser sujeto. Este proceso es lento pero vital para dar credibilidad al método analítico desarrollado

Características Analíticas típicas en la validación:

- Linealidad
- Especificidad

- Límite de Detección
- Límite de cuantificación
- Precisión
- Exactitud

Entre los criterios citados, la exactitud y la precisión se consideran los más relevantes porque permiten estimar los errores y variaciones integradas en los resultados analíticos. La exactitud puede ser estimada por el cálculo del error absoluto y relativo y la precisión por las medidas de dispersión, como desviación estándar, varianza y coeficiente de variación, entre otras.

La precisión suele ser expresada como repetitividad, exactitud o reproducibilidad intermedio. La repetitividad constituye la precisión estudiada en el mismo laboratorio, en un pequeño intervalo de tiempo (mismo día, analista y equipo). La precisión intermedia se expresa por la variación entre resultados obtenidos en días diferentes por el mismo laboratorio.

El método analítico debe estar normalizado antes de iniciar el proceso de validación. La validación de procedimientos analíticos requiere: Instrumentos calificados y calibrados; Métodos documentados; Patrones de referencia confiables; Analistas calificados; Integridad de la muestra.

4. MARCO LEGAL

En Colombia desde el año de 1967 se han realizados esfuerzos para controlar la contaminación del aire, pero solo hasta el año de 1973, se expidió la ley 23, por medio de esta ley se establece el control de la contaminación del medio ambiente y se establecen alternativas y estrategias para la conservación y recuperación de los recursos naturales, para la salud y el bienestar de la población (Ministerio de Ambiente, 2010).

La institucionalidad ambiental en Colombia nace con la creación de la división de recursos naturales del ministerio de agricultura en 1952, en este periodo se expide la primera normatividad para proteger el recurso forestal y regular su explotación y se define siete grandes zonas de reserva para la protección del suelo, agua y vida silvestre (Gomez, 2005).

El ministerio de Agricultura (MinAgricultura) tiene las siguientes funciones:

1. Formular las políticas para el desarrollo del Sector Agropecuario, Pesquero y de Desarrollo Rural.
2. Orientar y dirigir la formulación de los planes, programas y proyectos que requiere el desarrollo del sector Agropecuario, Pesquero y de Desarrollo Rural, y en general de las áreas rurales del país.
3. Presentar los planes y programas del sector que deban ser incorporados al Plan Nacional de Desarrollo.
4. Preparar y presentar al Congreso de la República, de acuerdo con la agenda legislativa del Gobierno Nacional, los proyectos de ley relacionados con las funciones del sector.
5. Definir, en coordinación con los Ministerios de Relaciones Exteriores y de Comercio Exterior, la negociación o convenios internacionales del sector.
6. Crear, organizar, conformar y asignar responsabilidades a grupos internos de trabajo, mediante resolución, teniendo en cuenta la estructura interna, las necesidades del servicio y los planes y programas trazados por el Ministerio, y designar al funcionario que actuará como coordinador de cada grupo.

7. Crear, conformar y asignar funciones, mediante resolución, a los órganos de asesoría y coordinación que considere necesarios para el desarrollo de sus funciones.
8. Dirigir y coordinar lo relacionado con el Control Interno Disciplinario.
9. Las demás previstas en la ley y las que por su naturaleza le correspondan o le sean delegadas por el Presidente de la República.

En la década de los cincuenta se da en Colombia la discusión sobre la planificación del desarrollo en Colombia, tomando como marco las teorías de la comisión económica para América Latina Y El Caribe (CEPAL). La misión de la CEPAL en al área de planificación para el desarrollo es apoyar el mejoramiento de la gestión pública y de los procesos de planificación económica y social de los gobiernos nacionales y sub-nacionales en los países de la región (Gomez, 2005).

En ese contexto se empieza a crear las primeras instituciones ambientales regionales dedicadas a promover el desarrollo integral y coordinado de los recursos naturales en sus jurisdicciones. La primera fue la CVC o Corporación del Valle del Cauca, la cual fue el modelo bajo el cual se crearon otras dieciocho Corporación Autónomas regionales entre 1960 y 1988. En el atlántico se creó La Corporación Autónoma Regional del Atlántico – CRA, la cual tiene como misión “Conservar, recuperar y proteger los recursos naturales y el ambiente, en el Departamento del Atlántico, mediante la ejecución de políticas, estrategias u acciones de desarrollo sostenible” (Gomez, 2005).

En 1968 se creó dentro del Ministerio de Agricultura, el Instituto Nacional de los Recursos Naturales Renovables y del Medio ambiente (INDERENA), para poner en práctica la política ambiental y promover el desarrollo verde en Colombia (MINAMBIENTE).

A partir de la década de los ochenta, se empezó a dar el debate nacional sobre la conveniencia de una institucionalidad ambiental más especializada. Junto con la cumbre del a tierra en 1992 se da el clima perfecto para desarrollar la Ley 99 de 1993. Con la cual se crea el Sistema Nacional Ambiental (SINA). El SINA, según la ley 99, se define como “el conjunto de orientaciones, normas, actividades, recursos, programas e instituciones que permiten la puesta en marcha de los principios generales ambientales” (Gomez, 2005).

En el año de 1995 el Ministerio de Medio Ambiente (creado bajo la ley 99 de 1993) estableció el decreto 948, el cual derogó el decreto 02 de 1982. Este Decreto contenía el Reglamento de Protección y Control de la Calidad del Aire (MINISTERIO DE AMBIENTE, 2008).

A partir de ese momento, se expidieron diferentes decretos que modificaron o derogaron del 948 de 1995 (MINISTERIO DE AMBIENTE, 2008). Estos fueron:

- El decreto 2107 de 1995, que modificó el 948 sobre uso de crudos pesados, quemas abiertas, emisiones vehiculares y actividades contaminantes.
- El decreto 1224 de 1996 que deroga el artículo 40 de la 948 de 1995, sobre calidad de combustibles.
- El decreto 1228 de 1997 que modificó el artículo 91 del decreto 948 de 1995 sobre certificación del cumplimiento de normas de emisión para vehículos automotores.
- El decreto 1552 del 2000 que modificó el artículo 38 del decreto 948 de 1995 y el artículo 3 del decreto 2107 de 1995, sobre emisiones de vehículos diésel.
- El decreto 979 del 2006 que modifica los artículos 7, 10, 93, 94 y 106 del decreto 948 de 1995.

A su vez se han realizado resoluciones concernientes al tema, algunas de ellas son:

- Resolución 619 de 1997 sobre factores que requieren permiso de emisión atmosférica para fuentes fijas.
- Resolución 601 de 2006 la cual establece la norma de calidad del aire o Nivel de inmisión, para todo el territorio nacional en condiciones de referencia, esta deroga parcialmente el decreto 02 de 1982, y el objetivo de esta resolución es “establecer la norma de calidad del aire o nivel de inmisión, con el propósito de garantizar un ambiente sano y minimizar los riesgos sobre la salud humana que puedan ser causados por la concentración de contaminantes en el aire ambiente.”

5. MARCO CONCEPTUAL

Balanza Analítica: La balanza es un instrumento que sirve para medir la masa. La balanza analítica es una clase de balanza utilizada principalmente para medir pequeñas masas. Este tipo de balanza es uno de los instrumentos de medida más usados en laboratorio y de la cual dependen básicamente todos los resultados analíticos.

Las balanzas analíticas modernas, que pueden ofrecer valores de precisión de lectura de 0,1 µg a 0,1 mg, están bastante desarrolladas de manera que no es necesaria la utilización de cuartos especiales para la medida del peso. Aun así, el simple empleo de circuitos electrónicos no elimina las interacciones del sistema con el ambiente. De estos, los efectos físicos son los más importantes porque no pueden ser suprimidos. (TP, 2017).

Validación: Validar un método consiste en verificar y documentar su validez, esto es, su adecuación a unos determinados requisitos, previamente establecidos por el usuario para poder resolver un problema analítico particular. (MATALLANA, 2015)

Gravimetría: es la parte de la química analítica que estudia aquellos procedimientos analíticos basados en mediciones de peso.

Los métodos gravimétricos se dividen en dos: de precipitación y de volatilización. En los métodos de precipitación, el precipitado obtenido se pesa en una balanza de precisión, después de una filtración, un lavado y un tratamiento térmico adecuado. Se basan en la relación del peso del precipitado, de composición conocida, con la cantidad del constituyente de interés en la muestra analizada.

En los métodos de volatilización, el analito o sustancia a analizar, o sus productos de descomposición, se volatilizan a una temperatura adecuada, se pesa el residuo y por diferencia se determina el peso del analito. (CABRERA, 2000)

Métodos Analíticos: es aquel método de investigación que consiste en la desmembración de un todo, descomponiéndolo en sus partes o elementos para observar las causas, la naturaleza y los efectos. (RUIZ LIMON, 2006)

Los métodos analíticos se clasifican en:

- a) Métodos volumétricos: Son los métodos en que la cantidad de sustancia que se busca, se determina de forma indirecta midiendo el volumen de una disolución de concentración conocida, que se necesita para que reaccione con el constituyente que se analiza o con otra sustancia químicamente equivalente.
- b) Métodos gravimétricos: En estos métodos la cantidad de sustancia buscada se determina mediante el peso de la propia sustancia pura o de algún compuesto químico que la contiene o equivale químicamente a ella.
- c) Métodos electro analíticos: Se basan en la medida de una magnitud eléctrica
- d) Métodos espectroscópicos: Estos métodos miden la interacción de la radiación electromagnética con los átomos o moléculas del analito o la radiación producida por los analito.

Análisis: Es la observación y examen de un hecho en particular. (RUIZ LIMON, 2006)

Calidad del Aire: Adecuación a niveles de contaminación atmosférica, cualesquiera que sean las causas que la produzcan, que garanticen que las materias o formas de energía, incluidos los posibles ruidos y vibraciones, presentes en el aire no impliquen molestia grave, riesgo o daño inmediato o diferido, para las personas y para los bienes de cualquier naturaleza.

6. MARCO TEÓRICO

5.1 Reconocimiento De La Organización

Razón Social: Control de Contaminación Ltda.

Nit: 802003229-2

Teléfono: 3687953

Nº de trabajadores: 30

Nº de Contratistas: 20

Horarios de trabajo: 8:00-12:00 y 14:00-18:00 de lunes a viernes y sábados 9:00-12:00

Nº de administrativos: 30 (incluyendo estudiante en práctica)

Actividad Económica: Consultorías y Monitoreo Ambientales a Nivel Nacional

Dirección: Calle 75 N° 26C7-22 Barrio el Silencio, Barranquilla

5.2 Metodología

5.2 Proceso De Validación De Método Gravimétrico

El grupo básico de muestras a determinar para filtros PM10 y PST 8" x 10" es:

- Pesa Patrón (De masa baja) para determinar el LDM y LCM.
- Pesa Patrón de 1 g
- Pesa Patrón de 2 g
- Pesa Patrón de 5 g
- Filtro de fibra de cuarzo en blanco
- Filtro de fibra de cuarzo con residuo

- Filtro de fibra de vidrio en blanco
- Filtro de fibra de vidrio con residuo

Este grupo básico de muestras se correrá mínimo por duplicado, en esta etapa de corrida de ensayos es donde se obtienen todos los datos primarios y requiere que en su ejecución se cumplan ciertas condiciones mínimas:

- Cada grupo de muestras se analiza en el mismo día corriendo todas las muestras en forma paralela.
- Es recomendable que el proceso se inicie siempre a la misma hora y lo suficientemente temprano para que pueda cumplir con el análisis de todas las muestras, teniendo en cuenta que pueden ocurrir imprevistos.
- Verificar la Balanza Analítica o Calibrarla antes de iniciar el proceso de pesaje.
- Verificar que las condiciones ambientales se encuentren en óptimas condiciones.

5.3 Pasos A Seguir En El Proceso De Validación

Métodos de Referencia:

1. Determinación de Material Particulado (EPA e - CFR - Título 40 Parte 50, Apéndice J)
2. Determinación de Material Particulado (EPA e - CFR - Título 40 Parte 50, Apéndice B Alto Volumen)

Para este proceso se utiliza los siguientes materiales:

- Pinza de acero con punta de goma para sujetar los filtros
- Bolsa plástica con cierre hermético para proteger los filtros de contaminación
- O casetera en aluminio si se cuenta con ellos.
- Balanza Analítica con resolución de 0.1 mg
- Desecadores en acrílico acondicionados con silica gel para el secado de los filtros
- Pesas Patrón de masa conocida que cubra el rango de peso de los filtros.
- Termohigrometros calibrados
- Filtros en fibra de cuarzo o de vidrio de 8" x 10" de diámetro

Inicio de la 1 etapa del proceso de validación:

- Para comenzar el proceso de la validación es necesario contar con todas las herramientas mencionadas anteriormente
- Una vez que se reciben los filtros en su caja original, se procede a realizarle una inspección visual que consiste en colocar filtro por filtro sobre una lámpara led para visualizar elementos extraños, cortes, desgarraduras, suciedad u otro elemento que indique que el filtro está contaminado.
- Después de realizar la inspección visual y todo se encuentre en orden, se procede a identificar los filtros con un único código consecutivo, el cual debe ir marcado en una de las cuatro esquinas del filtro en la parte no corrugada del filtro. De esta manera evitamos que cuando se utilicen en campo los filtros y los doblen, no se borre el código y pueda ser de fácil identificación.
- Verificar los desecadores que contiene silica gel para la eliminación de humedad y el termohigrometro (Temperatura y Humedad) que indica en que condición se encuentra. (T°C 20+/-5.6°C y 20% - 45%H)
- Una vez verificada las condiciones ambientales e identificado todos los filtros, se procede a ingresarlos en el desecador.
- Ingresar los filtros de tal manera que no queden expuestos uno arriba de otro para poder asegurar una correcta homogeneidad en el secado.
- Dejarlos en el desecador por un periodo de 24 horas +/-1.

Inicio del pesaje:

- Antes de pesar los filtros, proceda a verificar la balanza analítica de la siguiente manera:
- Seleccione el juego de pesas a utilizar de acuerdo al rango de peso de un filtro; ejemplo: PM10, peso promedio 4.0658 g PST, peso promedio 2.6585 g
- Una vez seleccionado el juego de pesas, verifique la balanza colocando la pesa patrón en el plato y registrando su valor en el formato correspondiente, verifique que cumpla con el error. Si la pesa patrón se sale del error permitido, realice una auto calibración de la balanza con una pesa patrón indicado en la pantalla del equipo.
- Realice el paso anterior con las demás pesas patrón.
- Finalizado este proceso la balanza ya está disponible para su uso.

Inicio de la 2 etapa del Proceso de Validación para calcular las variables del método:

- Seleccione el juego de pesas a utilizar en el proceso de la validación
- Coloque la pesa patrón (1g) en el plato de la balanza espere a que se establezca la lectura y registre en el formato
- Coloque la segunda pesa patrón (2g) y retire la primera, al retirar la primera, la balanza registra el peso de la segunda
- Hacer este ejercicio con todas las pesas seleccionada de forma ascendente y descendente
- La balanza en ningún caso se debe dejar en cero, hasta tanto no concluya la prueba.
- Finalizado este proceso se comienza a pesar los filtros de la siguiente manera:
- Retire el filtro del desecador usando guantes de vinilo libre de polvo y pinza en acero con punta de caucho
- Colóquelo en el plato de la balanza y registre el dato en el formato correspondiente
- Repita este ejercicio con todos los filtros involucrados en el proceso de la validación y proceda a ingresarlos nuevamente en el desecador por un periodo menor al inicial (Aprox. 2 horas)
- Después de este tiempo retire y pese nuevamente los filtros.
- Este proceso se hace con la finalidad de determinar cuál es el peso constante de un peso con otro, el cual está determinado estadísticamente y aceptado cuando cumple con el rango de 0.5 mg de diferencia entre uno con el otro, ejemplo: peso 24 horas 4.0655 g; peso 2 horas 4.0653 g; diferencia 0.0002 g, cumple.
- El peso que se reporta es el último peso que haya dado peso constante y que sea menor.
- Finalizado todo este proceso y de haber recolectado toda la información necesaria, se procede a ingresar los datos obtenidos en la tabla de Excel para el cálculo de las diferentes variables seleccionadas por el método.
- Fin del informe.

5.4 Criterios A Evaluar En El Proceso De Validación

- Precisión: Calcular la desviación estándar (S), el coeficiente de variación (CV) para cada muestra tomando todos los datos de los ensayos.

$$CV = \frac{s \times 100}{\bar{x}}$$

- Exactitud: Se calculará para cada estándar el porcentaje de error relativo en cada determinación. Determinar para cada tipo de muestra, el valor promedio de error relativo.

$$\% \text{ Error} = \frac{X_{\text{exp}} - X_{\text{ref}}}{X_{\text{ref}}} \times 100$$

- Límite de Detección del Método:

Concentración de analito que, cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco, para la desviación estándar, para catorce réplicas de la muestra la media debe ser 2.65 veces superior al blanco. Para determinar el LDM se utiliza una pesa patrón de masa lo más próxima al LDM estimado; a partir de una tabla de distribución desigual de t, se selecciona el valor de t para n-1 grados de libertad y un nivel de confianza del 95%.

$$LDM = \overline{C_{Eb}} + t_{n-1} \times s$$

- Límite de Cuantificación del Método:

Concentración mínima de analito que se puede cuantificar con precisión y exactitud, de manera confiable y reproducible. Se considera como un límite inferior para medidas cuantitativas precisas. Opuesto a la detección cualitativa.

$$LCM = \overline{C_{Eb}} + 10 \times s$$

5.5 Criterios de Aceptación para Análisis Gravimétrico

Se debe cumplir qué **% PV > % R&R**

Si %R&R < 10%	Sistema de Medición es apropiado para la aplicación diseñada.
Si 10% < %R&R < 30%	Sistema de Medición en general requiere mejoras, sin embargo puede ser utilizado de manera temporal, dependiendo de la importancia de la aplicación, costo del instrumento, costo de la reparación o calibración, etc.
Si %R&R > 30%	Sistema de Medición puede ser Mejorado (Identificar y Corregir causas)

- (Exactitud): La exactitud es la capacidad de un método analítico para dar resultados lo más próximos al posible valor verdadero. Como la exactitud se define como el porcentaje de error, se tendrá en cuenta como criterio de aceptación aquellos resultados cuyo porcentaje de error sea menor del 10%.
- (Límite de Cuantificación del Método): Para efecto de este cumplimiento, el error relativo que se permite en el proceso de validación deber ser máximo de 10% para aceptación.
- (Límite de Detección del Instrumento): Como criterio de cumplimiento se acepta que el LDI calculado sea menor que el LDM.
- (Linealidad): La linealidad es la capacidad de un método para obtener resultados linealmente proporcionales al valor del mensurando, para efecto de este cumplimiento se tendrá en cuenta que el coeficiente de correlación sea $\geq 0.998\%$.
- (Incertidumbre): Se acepta que sea menor que el LCM.

5.6 Criterios Para Realizar Una Validación

Un método se valida cuando se requiere confirmar que sus parámetros de desempeño son adecuados para el uso previsto, es decir, el método y sus resultados, pueden satisfacer los requisitos del cliente y los legales aplicables.

- Determinación de la necesidad de validar:
La necesidad de validar un método, surge en los siguientes casos:
- Uso de métodos no Normalizados:
El método empleado para ensayar la muestra, no está fundamentado en una norma reconocida.
- Uso de métodos que diseña o desarrolla el laboratorio:
Es el caso en que el laboratorio ha diseñado y desarrollado el método, las especificaciones, equipos e instrumental a utilizar.
- Uso de métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto:
El laboratorio efectúa desviaciones del método con respecto a la norma en que se fundamenta, tales como: Determinación de otras propiedades físicas, uso de equipos, dosificaciones, tiempos, o instrucciones diferentes a los establecidos en la norma en la que se basa el método.
- Se pueden citar como otros eventos que señalan la necesidad de validación de métodos en el Laboratorio:
 - A. Un nuevo método desarrollado para determinar una característica nueva en los filtros.
 - B. Un método ya establecido revisado para incorporar mejoras o extenderlo a otras aplicaciones.
 - C. Para demostrar la equivalencia entre dos métodos, por ejemplo, entre un método nuevo y uno de referencia.

Una vez obtenido todos los resultados de la validación, se procede a aplicar los datos estadísticos para calcular:

- Precisión
- % Error
- Coeficiente de Variación

- Límite de detección del Método (LDM)
- Límite de cuantificación del Método (LCM)
- Linealidad
- Sensibilidad
- Repetibilidad y reproducibilidad
- Incertidumbre de los Resultados

6. OBJETIVOS

6.1 Objetivo General

Realizar proceso de confirmación del método gravimétrico, para la determinación de PST y PM10 en papel filtro, de muestras provenientes de muestreos de calidad del aire tomadas con muestreadores manuales de alto volumen.

6.2 Objetivos Específicos

- Realizar ejercicio de repetibilidad y reproducibilidad siguiendo la metodología de análisis gravimétrico como método normalizado para determinación de PST y PM10 en calidad del aire con papel filtro.
- Interpretar los resultados arrojados en la captura de datos, por medio de la aplicación de herramientas estadísticas que nos permitan llegar a un nivel de confianza del 95% de los datos obtenidos.
- Cuantificar las fuentes de incertidumbre más significativas, las cuales inciden en el resultado del ejercicio de validación del método gravimétrico.

7. JUSTIFICACION

La presente investigación es importante para conocer y calcular las variables o fuentes de incertidumbre que afectan de manera directa o indirecta la aplicación de los análisis de gravimetría para la determinación de la concentración de material particulado PST y PM10 en la atmósfera, por medio de la validación del método gravimétrico, aplicando metodología normalizada EPA, permitiendo construir un documento guía para los laboratorios ambientales en Colombia, que sirva a su vez para responder las inquietudes más comunes que se generan en los procesos de validación o confirmación de métodos analíticos, ya que no es posible encontrar mucho material disponible que trate amplia y específicamente el tema, siendo que el ejercicio en mención es el que le permitirá al laboratorio ambiental conocer sus fuentes de error y ajustarlas, conocer y controlar las condiciones ambientales que pueden interferir durante el análisis, ajustar sus datos al nivel de confianza deseado y conocer ciertamente la linealidad, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, precisión y exactitud del método gravimétrico.

Conociendo la importancia que tiene la validación de métodos para un laboratorio ambiental que preste servicios de ensayos y/o calibraciones, existe la necesidad de validar periódicamente el método analítico en mención, buscando conocer propiamente la linealidad de la balanza utilizada para los análisis de material particulado de los filtros de PST y PM10 en calidad del aire, asimismo conocer y controlar todas las variables que puedan afectar el ensayo y generar incertidumbre del dato emitido, permitiendo ofrecer a los clientes, datos de calidad con los niveles de confianza deseados

TABLA 1 Análisis De Datos De Validación De PM10 En Filtro

CONTROL DE CONTAMINACION LTDA												
ANALITO:		MATERIAL PARTICULADO EN FILTROS PM10 CALIDAD DEL AIRE	MÉTODO:	GRAVIMETRICO				UNIDAD:	g			
ANALISTA:		Adriana Segura/Eliana Coneo		MATRIZ:	AIRE		FECHAS:	14/02/2017	al	08/03/2017		
LUGAR:			LABORATORIO			LONGITUD DE ONDA:				No Aplica		
Nombre:		Blanco	LDM	Eb	Em	Ea	M1	M2	M1Ab	M1Aa	DIA	
N°	Identif. / Conc.	0	0,005	1	2	5	4,4454	0	0	0		
Número de Lectura	1	2017.02.14 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0002	2,0000	5,0000	4,4457	4,4839	0,0000	0,0000	1
	2	2017.02.14 Eliana Coneo	0,0000	0,0050	1,0001	2,0000	5,0001	4,4458	4,4839	0,0000	0,0000	
	3	2017.02.15 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0000	1,9999	5,0001	4,4463	4,4838	0,0000	0,0000	2
	4	2017.02.15 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0001	1,9998	5,0002	4,4460	4,4834	0,0000	0,0000	
	5	2017.02.16 Adriana Segura	0,0000	0,0050	1,0001	2,0002	5,0003	4,4457	4,4840	0,0000	0,0000	3
	6	2017.02.16 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0000	2,0001	5,0002	4,4459	4,4842	0,0000	0,0000	
	7	2017.02.17 Adriana Segura	0,0000	0,0050	1,0000	2,0001	5,0000	4,4460	4,4845	0,0000	0,0000	4
	8	2017.02.17 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0000	2,0001	5,0001	4,4462	4,4840	0,0000	0,0000	
	9	2017.02.20 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0000	2,0001	5,0000	4,4456	4,4838	0,0000	0,0000	5
	10	2017.02.20 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0002	2,0000	5,0000	4,4457	4,4836	0,0000	0,0000	
	11	2017.02.21 Adriana Segura	0,0000	0,0050	1,0000	2,0001	5,0001	4,4458	4,4830	0,0000	0,0000	6
	12	2017.02.21 Eliana Coneo	0,0000	0,0049	1,0001	2,0001	5,0001	4,4456	4,4832	0,0000	0,0000	
	13	2017.02.22 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0001	2,0001	5,0000	4,4458	4,4839	0,0000	0,0000	7
	14	2017.02.22 Eliana Coneo	0,0000	0,0050	1,0001	2,0001	5,0001	4,4456	4,4839	0,0000	0,0000	
T	T para rechazo		2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	
	T para LC		2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	
	T para LDM		2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	
Re	Valor mínimo		0,00	0,0049	1,00	2,00	5,00	4,45	0,00	0,00	0,00	

	Valor máximo	0,00	0,0051	1,00	2,00	5,00	4,45	0,00	0,00	0,00
	T bajo		2,21	0,95	2,42	1,10	1,09			
	T alto		0,82	2,13	1,39	2,19	2,01			
	Valor rechaz. 1									
	Valor rechaz. 2									
	Valor rechaz. 3									
	Valor rechaz. 4									
Estadística	N° total datos	14	14	14	14	14	14	14	14	14
	N° datos OK	14	14	14	14	14	14	14	14	14
	Promedio	0,0000	0,0050	1,0001	2,0001	5,0001	4,4458	0,00	0,000	0,000
	Desv. Estándar	0,00	0,00007	0,00007	0,00011	0,00009	0,00023	0,00000	0,00000	0,000
	Desv. Estándar Relativa		0,01308	0,00007	0,00005	0,00002	0,00005			
	Desv. Estándar media	0,00	0,00001	0,00001	0,00002	0,00002	0,00005	0,00000	0,00000	0,00
	Coef. variación, %		1,30837	0,00650	0,00525	0,00183	0,00508			
	Error, %		0,92308	0,00615	0,00269	0,00200	0,01004			
	Recuperación, %(R)			100,0	100,0	100,0			0,0	0,0
	Recuperación, %(Rm)								100,0	100,0
	LCM 95	0,000	0,0057	1,001	2,001	5,001	4,448	0,000	0,000	0,000
	LDI	0,0000	0,00011	0,0001	0,0002	0,0002	0,0004	0,0000	0,0000	0,0000
LDM		5,2E-03	1,0E+00	2,0E+00	5,0E+00	4,4E+00		0,0E+00	0,0E+00	
Incertidumbre	cifras decimales (U)	3,00			Incertidumbre Estandar Combinada (uc)			0,00049		
	Valor truncado	0,00			Incertidumbre Expandida (U)			0,0010		
	Diferencia	0,001			k			2,000		
	Porcentaje	100,00000000 %			U redondeado			0,00		
					Incertidumbre de medicion Relativa			0,0004	Adm	
R & R	% Repetibilidad	4,289								
	% Reproducibilidad	8,166								
	% R & R	9,224								
	% VP	440660,6								

TABLA 2 Estudio De R&R PM10

ESTUDIO DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD																
PARTES		OBSERVACIONES												VARIACION DE LA PARTE		
		ANALISTA 1				ANALISTA 2				ANALISTA 3						
		1	2	3	Rango	1	2	3	Rango	1	2	3	Rango	Suma	\bar{X}	
	1	4,4457	4,4458		0,0001	4,4460	4,4462		0,0002					17,7837	4,4459	
	2	4,4463	4,4460		0,0003	4,4456	4,4457		0,0001					17,7836	4,4459	
	3	4,4457	4,4459		0,0002	4,4458	4,4456		0,0002					17,7830	4,4458	
Promedios	\bar{X}	4,4459	4,4459			4,4458	4,4458									
Prom. de promedios	$\bar{\bar{X}}$		4,4459					4,4458								
Promedio de Rangos	\bar{R}					0,0001					0,0001					
Rango de Promedios	\bar{Xr}						0,0001									
Pr. de Pr. de Rangos	\bar{Rr}	0,0001												Rp	4,4459	
% REPETIBILIDAD= 4,2893			% REPRODUCIBILIDAD= 8,1663						% R&R= 9,2242						% VP= 440.661	
% Repetibilidad: $100 * \frac{\bar{(k1 * Rr)}}{\text{Tolerancia}}$			% Reproducibilidad: $\frac{100}{\text{Tolerancia}} \left[\sqrt{\frac{(\bar{k2 * Xr})^2 - (\bar{k1 * Rr})^2}{nr}} \right]$						% R&R: $\sqrt{\text{Repetibilidad}^2 + \text{Reproducibilidad}^2}$						% VP: $\frac{100 * (\bar{Rp * K3})}{\text{Tolerancia}}$	
Tolerancia: ± 0,00 Rango de tolerancia: 0,01			k1= 2,01 (6 ensayos) k2= 3,65 (2 Analistas)						n = 6 (Número ensayos) r = 2 (Número muestras)						k3 = 3,65	

K = 5,15

Tolerancia = $3*U + 3*\sigma + |X1 - X2|$:

0,00

TABLA 3 Evaluación De La Incertidumbre PM10

EVALUACION DE LA INCERTIDUMBRE EN LA DETERMINACION GAVIMETRICA

Redondeo 3

Tipo	Fuentes de Incertidumbre de MATERIAL PARTICULADO EN	Contribuciones de Incertidumbre	Duda	Divisor	Masa / %	u(xi)	unid. ent.	Distribución	ci	u(yi)	unid. salida	vi/vef
B	MRC	Material de Referencia Certificado	0.04	1,732051	95	0,0004	%	Rectangular	1	0,000421095	%	
		Incertidumbre estándar combinada con respecto al Material de Referencia Certificado								0,000421095		
B	Peso de Muestra (W1): MATERIAL PARTICULADO EN FILTROS PM10 CALIDAD DEL AIRE (g)	Calibracion Balanza	0,0004	2,33	95	0,000002	gr	Rectangular	1	1,8071E-06	gr	1000000
		Precision Pesada	0,0000	2,33	7,4482	0,00000	gr	Rectangular	1	2,6083E-06	gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto al Peso de Muestra (W1): MATERIAL PARTICULADO EN FILTROS PM10 CALIDAD DEL AIRE (g)								4,4154E-06		
B	Peso del Grisol (W2)	Calibracion Balanza	0,0004	1,73205	95	0,000002	gr	Rectangular	1	2,4309E-06	gr	1000000
		Precision Pesada	0,0000	1,73205	4,4454	0,000006	gr	Rectangular	1	5,8789E-06	gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Peso del Grisol (W2)								8,3099E-06		
B	Peso del Grisol con la Muestra (W3)	Calibracion Balanza	0,0004	1,73205	95	0,000002	gr	Rectangular	1,00	2,4309E-06	gr	1000000
		Precision Pesada	0,0000	1,73205	4,4838	0,00001	gr	Rectangular	1	5,8286E-06	gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Peso del Grisol con la Muestra (W3)								8,2595E-06		
A	Recuperacion (R)	Recuperacion del Metodo						Rectangular			gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Recuperacion (R)								0,0000		
A	Precision (P)	Repetibilidad del Metodo	0,000	1				Normal			gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Precision (P)								0,000		
B	Factor de Tiempo / Temperatura (ftmp)	Error por Tiempo / Temperatura	0	1,73205	7,4482	0,00000	gr	Rectangular	1	0		
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Factor de Tiempo / Temperatura (ftmp)								0,000		
cifras decimales (U)			3			Incertidumbre estándar combinada (uc)				0,0005	Vef =	1793784
Valor truncado			0			Incertidumbre expandida (U)				0,0010		
Diferencia			0,00097			k				2,000		
Porcentaje			100,00	%		U redondeo				0,001		
						Incertidumbre de medicion relativa:				0,0004 Adm		

TABLA 4 Criterios De Aceptación PM10

PARAMETROS	PM10 CALIDAD DE AIRE	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	OBSERVACIONES
Precision (g)	0,0001 g	0,400	Criterio de Precisión para este rango, cumple con el criterio establecido en la AOAC "Precisión en función de la concentración"
% Error Nivel Bajo	0,0062 %	-----	-Si % R&R < 10% = El Método es Apropriado. -Si 10% < % R&R < 30% = Requiere Mejora pero se puede utilizar. -Si % R&R > 30 % = El Método no es aceptable.
% Error Nivel Medio	0,0027 %	-----	
% Error Nivel Alto	0,0020 %	-----	
Repetibilidad	4,2893 %	-----	
Reproducibilidad	8,1663 %	-----	
R & R	9,2242 %	Cumple	
CV Nivel Bajo	0,0065 %	15	El limite de detección del método (LDM) y limite de detección instrumental (LDI), calculados para el método del analito, fueron corroborados experimentalmente. El CV cumple con el criterio establecido en la AOAC "Precisión en función de la concentración". Cuando se reducen los patrones, aumenta la sensibilidad del analisis y disminuye el limite de cuantificación.
CV Nivel Medio	0,0053 %	15	
CV Nivel Alto	0,0018 %	15	
CV Prom.	0,0045 %	15	
LDM	0,0052 g	-----	
LCM	0,0057 g	> LDM	
Rango Optimo De Cuantificación	1 a 5	Para aceptar las calibraciones, el coeficiente de Correlación para la curva de calibración debe ser superior a 0,998	Al evaluar estadísticamente la linealidad del método analítico validado, se obtuvo un coeficiente de correlación que demuestra, que existe regresión entre las variables concentración y las repuestas obtenidas.
Sensibilidad	1,00 g +/- 0,0001		Buena Repuesta a los Cambios de Concentración en ese Rango
Coeficiente De Correlación	1,000	> = 0.998	Cumple Criterio de Aceptación
Recuperación %	100,00 %	80 % a 110%	Haciendo referencia al porcentaje de recuperación, en los patrones, se observa que el porcentaje de recuperacion cumple con el criterio establecido en la AOAC "Recuperación en función de la concentración"
Incertidumbre Estándar Combinada	0,0005	-----	El principal componente de incertidumbre son las mediciones en el equipo, lo cual es de esperarse puesto que en el metodo propuesto se concentran ahí la mayor cantidad de variables aleatorias del proceso.
Incertidumbre Expandida	0,0010		

TABLA 5 Análisis De Datos De Validación De PST

CONTROL DE CONTAMINACION LTDA												
ANALITO:		DETERMINACION DE MATERIAL PARTICULADO EN PST CALIDAD DE AIRE	MÉTODO:	GRAVIMETRICO				UNIDAD:	g			
ANALISTA:		Adriana Segura/Eliana Coneo		MATRIZ :	AIRE		FECHAS :	14/02/2017	al	08/03/2017		
LUGAR:			Laboratorio				LONGITUD DE ONDA:			No Aplica		
Nombre:		Blanco	LDM	Eb	Em	Ea	M1	M2	M1Ab	M1Aa	DIA	
N°	Identif. / Conc.	0	0,005	1	2	5	2,6909	2,9449	0	0		
Número de Lectura	1	2017.02.14 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0002	2,0000	5,0000	2,6922	2,9440	0,0000	0,0000	1
	2	2017.02.14 Eliana Coneo	0,0000	0,0050	1,0001	2,0000	5,0001	2,6921	2,9442	0,0000	0,0000	
	3	2017.02.15 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0000	1,9999	5,0001	2,6924	2,9442	0,0000	0,0000	2
	4	2017.02.15 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0001	1,9998	5,0002	2,6921	2,9436	0,0000	0,0000	
	5	2017.02.16 Adriana Segura	0,0000	0,0050	1,0001	2,0002	5,0003	2,6920	2,9435	0,0000	0,0000	3
	6	2017.02.16 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0000	2,0001	5,0002	2,6920	2,9434	0,0000	0,0000	
	7	2017.02.17 Adriana Segura	0,0000	0,0050	1,0000	2,0001	5,0000	2,6920	2,9436	0,0000	0,0000	4
	8	2017.02.17 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0000	2,0001	5,0001	2,6923	2,9435	0,0000	0,0000	
	9	2017.02.20 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0000	2,0001	5,0000	2,6921	2,9436	0,0000	0,0000	5
	10	2017.02.20 Eliana Coneo	0,0000	0,0051	1,0002	2,0000	5,0000	2,6920	2,9436	0,0000	0,0000	
	11	2017.02.21 Adriana Segura	0,0000	0,0050	1,0000	2,0001	5,0001	2,6922	2,9436	0,0000	0,0000	6
	12	2017.02.21 Eliana Coneo	0,0000	0,0049	1,0001	2,0001	5,0001	2,6921	2,9435	0,0000	0,0000	
	13	2017.02.22 Adriana Segura	0,0000	0,0051	1,0001	2,0002	5,0000	2,6895	2,9435	0,0000	0,0000	7

	14	2017.02.22 Eliana Coneo	0,0000	0,0050	1,0001	2,0001	5,0001	2,6891	2,9437	0,0000	0,0000	
T	T para rechazo		2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	2,33	
	T para LC		2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	
	T para LDM		2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	
Rechazo de datos	Valor mínimo		0,00	0,00	1,00	2,00	5,00	2,69	2,94	0,00	0,00	
	Valor máximo		0,00	0,01	1,00	2,00	5,00	2,69	2,94	0,00	0,00	
	T bajo		0	2,21	0,95	2,33	1,10	2,42	1,00	0	0	
	T alto		0	0,82	2,13	1,24	2,19	0,67	2,15	0	0	
	Valor rechaz. 1											
	Valor rechaz. 4											
Estadística	N° total datos		14	14	14	14	14	14	14	14	14	
	N° datos OK		14	14	14	14	14	14	14	14	14	
	Promedio		0,0000	0,01	1,00	2,00	5,00	2,69	2,94	0,00	0,00	
	Desv. estándar		0,00000	0,00007	0,00007	0,00011	0,00009	0,00107	0,00025	0,00	0,00	
	Desv. Estándar Relativa		0,00000	0,01308	0,00007	0,00006	0,00002	0,00040	0,00009	0	0	
	Desv. Estándar media		0,00000	0,00001	0,00001	0,00002	0,00002	0,00023	0,00006	0,00	0,00	
	Coef. variación, %		0,00000	1,30837	0,00650	0,00560	0,00183	0,03969	0,00862	0	0	
	Error, %			0,92308	0,00615	0,00308	0,00200	0,02916	-0,04232	0	0	
	Recuperación, %(R)				100,0	100,0	100,0			0,0	0,0	
	LCM 95		0,000	0,0057	1,001	2,001	5,001	2,702	2,946	0,000	0,000	
	LDI		0,0000	0,00011	0,0001	0,0002	0,0002	0,0018	0,0004	0,0000	0,0000	
	LDM			5,2E-03	1,0E+00	2,0E+00	5,0E+00	2,7E+00		0,0E+00	0,0E+00	
Incertidumbre	cifras decimales (U)		3,00			Incertidumbre Estandar Combinada (uc)			0,00051			
	Valor truncado		0,001			Incertidumbre Expandida (U)			0,00102			
	Diferencia		0,000			k			2,000			
	Porcentaje		2,22222070 %			U redondeado			0,00			

			Incertidumbre de medicion Relativa	0,0003749 9	Adm
R & R	% Repetibilidad	2,056			
	% Reproducibilidad	0,764			
	% R & R	2,194			
	% VP	156329,2			

TABLA 6 Estudio de R&R PST

ESTUDIO DE REPETIBILIDAD Y REPRODUCIBILIDAD															
PARTES		OBSERVACIONES												VARIACION DE LA PARTE	
		ANALISTA 1				ANALISTA 2				ANALISTA 3					
		1	2	3	Rango	1	2	3	Rango	1	2	3	Rango	Suma	\bar{X}
	1	2,6922	2,6921		0,0001	2,6920	2,6923		0,0003					10,7686	2,6922
	2	2,6924	2,6921		0,0003	2,6921	2,6920		0,0001					10,7686	2,6922
	3	2,6920	2,6920		0,0000	2,6922	2,6921		0,0001					10,7683	2,6921
Promedios	\bar{X}	2,6922	2,6921			2,6921	2,6921								
Prom. de promedios	$\bar{\bar{X}}$		2,6921				2,6921								
Promedio de Rangos	\bar{R}	0,0001								0,0001					
Rango de Promedios	\bar{Xr}						0,0000								
Pr. de Pr. de Rangos	\bar{Rr}	0,0001												Rp	2,6922
% REPETIBILIDAD= 2,0561		% REPRODUCIBILIDAD= 0,7644						% R&R= 2,1936						% VP= 156.329	
% Repetibilidad: $\frac{100 * (k_1 * \bar{Rr})}{\text{Tolerancia}}$		% Reproducibilidad: $\frac{100}{\text{Tolerancia}} \left[\sqrt{\frac{(k_2 * \bar{Xr})^2 - (k_1 * \bar{Rr})^2}{nr}} \right]$						% R&R: $\sqrt{\text{Repetibilidad}^2 + \text{Reproducibilidad}^2}$						% VP: $\frac{100 * (Rp * K_3)}{\text{Tolerancia}}$	
Tolerancia: ± 0,01 Rango de tolerancia: 0,01		k1= 2,01 (6 ensayos) k2= 3,65 (2 Analistas)						n = 6 (Número ensayos) r = 2 (Número muestras)						k3 = 3,65	

K = 5,15

Tolerancia = $3^*U + 3^*\sigma + |X1 - X2|$: 0,01

TABLA 7 Evaluación de la Incertidumbre PST

EVALUACION DE LA INCERTIDUMBRE EN LA DETERMINACION GAVIMETRICA												
			Redondeo	3								
Tipo	Fuentes de Incertidumbre de DETERMINACION DE MATERIAL PARTICULADO EN PST CALIDAD DE AIRE	Contribuciones de Incertidunbre	Duda	Divisor	Masa / %	u(xi)	unid. ent.	Distribución	ci	u(yi)	unid. salida	vi/vef
B	MRC	Material de Referncia Certificado	0,04	1,732051	95	0,0004	%	Rectangular	1	0,000421175	%	
		Incertidumbre estándar combinada con respecto al Material de Referncia Certificado								0,000421175		
B	Peso de Muestra (W1): DETERMINACION DE MATERIAL PARTICULADO EN PST CALIDAD DE AIRE (g)	Calibracion Balanza	0,0004	2,33	95	0,000002	gr	Rectangular	1	1,8071E-06	gr	1000000
		Precision Pesada	0,00005	2,33	1,1074	0,00002	gr	Rectangular	1	1,8001E-05	gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto al Peso de Muestra (W1): DETERMINACION DE MATERIAL PARTICULADO EN PST CALIDAD DE AIRE (g)								1,9808E-05		
B	Peso del Grisol (W2)	Calibracion Balanza	0,0004	1,73205	95	0,000002	gr	Rectangular	1	2,4309E-06	gr	1000000
		Precision Pesada	0,00005	1,73205	2,6909	0,000010	gr	Rectangular	1	9,9655E-06	gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Peso del Grisol (W2)								1,2396E-05		
B	Peso del Grisol con la Muestra (W3)	Calibracion Balanza	0,0004	1,73205	95	0,000002	gr	Rectangular	1,00	2,4309E-06	gr	1000000
		Precision Pesada	0,00005	1,73205	2,9449	0,00001	gr	Rectangular	1	9,1059E-06	gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Peso del Grisol con la Muestra (W3)								1,1537E-05		
A	Recuperacion (R)	Recuperacion del Metodo						Rectangular			gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Recuperacion (R)								0,0000		
A	Precision (P)	Repetibilidad del Metodo	0,00005	1				Normal			gr	1000000
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Precision (P)								0,000		
B	Factor de Tiempo / Temperatura (ftmp)	Error por Tiempo / Temperatura	0	1,73205	1,1074	0,00000	gr	Rectangular	1	0		
		Incertidumbre estándar combinada con respecto a la Factor de Tiempo / Temperatura (ftmp)								0,000		
cifras decimales (U)			3			Incertidumbre estándar combinada (uc)				0,0005	Vef =	2172703
Valor truncado			0,001			Incertidumbre expandida (U)				0,0010		
Diferencia			0,00002			k				2,000		
Porcentaje			2,22	%		U redondeo				0,001		
						Incertidumbre de medicion relativa:				0,0004	Adm	

TABLA 8 Criterios De Aceptación PST

PARAMETROS	PST CALIDAD DE AIRE	CRITERIO DE ACEPTACIÓN	OBSERVACIONES
Precision (g)	0,0001 g	0,400	Criterio de Precisión para este rango, cumple con el criterio establecido en la AOAC "Precisión en función de la concentración"
% Error Nivel Bajo	0,0062 %	-----	-Si % R&R < 10% = El Método es Apropiado. -Si 10% < % R&R < 30% = Requiere Mejora pero se puede utilizar. -Si % R&R > 30 % = El Método no es aceptable.
% Error Nivel Medio	0,0031 %	-----	
% Error Nivel Alto	0,0020 %	-----	
Repetibilidad	2,0561 %	-----	
Reproducibilidad	0,7644 %	-----	
R & R	2,1936 %	Cumple	
CV Nivel Bajo	0,0065 %	15	El limite de detección del método (LDM) y limite de detección instrumental (LDI), calculados para el método del analito, fueron corroborados experimentalmente. El CV cumple con el criterio establecido en la AOAC "Precisión en función de la concentración". Cuando se reducen los patrones, aumenta la sensibilidad del analisis y disminuye el limite de cuantificación.
CV Nivel Medio	0,0056 %	15	
CV Nivel Alto	0,0018 %	15	
CV Prom.	0,0046 %	15	
LDM	0,0052 g	-----	
LCM	0,0057 g	> LDM	
Rango Optimo De Cuantificación	1 a 5	Para aceptar las calibraciones, el coeficiente de Correlación para la curva de calibración debe ser superior a 0,998	Al evaluar estadísticamente la linealidad del método analítico validado, se obtuvo un coeficiente de correlación que demuestra, que existe regresión entre las variables concentración y las repuestas obtenidas.
Sensibilidad	1,00 g +/- 0,0001		Buena Respuesta a los Cambios de Concentración en ese Rango
Coeficiente De Correlación	1,000	> = 0.998	Cumple Criterio de Aceptación
Recuperación %	100,00 %	80 % a 110%	Haciendo referencia al porcentaje de recuperación, en los patrones, se observa que el porcentaje de recuperacion cumple con el criterio establecido en la AOAC "Recuperación en función de la concentración"
Incertidumbre Estándar Combinada	0,0005	-----	El principal componente de incertidumbre son las mediciones en el equipo, lo cual es de esperarse puesto que en el metodo propuesto se concentran ahí la mayor cantidad de variables aleatorias del proceso.
Incertidumbre Expandida	0,0010		

8. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS PST Y PM10

- **Exactitud**

De acuerdo con los datos obtenidos en la validación, la exactitud de las mediciones está dentro de los valores aceptados. La tabla muestra los resultados promedios de la exactitud.

- **Límite de detección**

El límite de detección del método fue calculado de acuerdo con lo establecido en la tabla T Student del IDEAM.

Este resultado muestra la consistencia entre los resultados, por lo que se adopta como límite de detección el valor de 0,0052 g y el límite de cuantificación que representa la cuantificación del método equivale a 10 veces la desviación estándar de las mediciones del LDM y por exceso cubrirá los análisis.

- **Incertidumbre**

Para reportar de una manera práctica la incertidumbre expandida del ensayo, se toma el valor de incertidumbre combinada multiplicándolo por un factor de cobertura K2, es decir, la incertidumbre a reportar por cada ensayo en el laboratorio, será de: 0,0010.

- **Verificación De Condiciones**

Durante la validación, las condiciones ambientales se mantuvieron dentro de las especificaciones establecidas.

- **Condiciones ambientales:**

PARÁMETRO	PROMEDIO	VARIACIÓN DURANTE EL ENSAYO
TEMPERATURA°C	22,1 °C	± 0,5 °C
HUMEDAD RELATIVA %	44 %	± 0,5 %

Se verificó que los instrumentos están calibrados y vigentes al momento de iniciar la validación, con la revisión de los certificados de calibración de cada uno de los instrumentos utilizados.

Se efectuó la prueba de verificación de la balanza, según lo establecido en el procedimiento: “Instructivo Manejo de Balanza Analítica”.

El arreglo y secuencia de las mediciones por muestra, por técnico y por el número del ensayo, se establece en la hoja de cálculo.

El registro de los datos puede consignarse y mantenerse en una hoja electrónica de *Excel*.

9. CONCLUSIONES

Por medio de la aplicación del ejercicio de repetitividad y reproducibilidad, más conocidos como R&R se puede concluir que tienen una gran importancia en las validaciones de cualquier método, ya que por medio de la captura y procesamiento de datos, se logra realizar el análisis estadístico que nos lleve a una interpretación de la aceptación o negación de la aplicabilidad del método en el laboratorio, asimismo las variables que inciden en dicha evaluación, como linealidad, límite de detección, límite de cuantificación, exactitud, precisión, especificidad y demás.

Luego de la realización del ejercicio de validación se concluye que para realizar confirmación de la robustez del método gravimétrico es necesario practicar una serie de ejercicios teniendo en cuenta ciertas condiciones ambientales y otros aspectos, que nos permitan realizar una captura de datos veraces y suficientes, con los que podamos realizar análisis estadístico confiable y asegurar que el método se está ejecutando de manera correcta y que no hay desviación alguna en su ejecución, asimismo permitirse conocer las fuentes de generación de error o incertidumbre y realizar así los respectivos ajustes y correcciones, manteniendo la meta clara de la calidad de los resultados vendidos por el laboratorio, garantizando un nivel de confianza del 95%.

A demás de las conclusiones anteriores puede afirmarse que los laboratorios de ensayo deben disponer y aplicar procedimientos para estimar o calcular la incertidumbre de medida, siendo que en algunos casos, la naturaleza del método de ensayo no permite realizar un cálculo riguroso, metrológica y estadísticamente válido, del valor de la incertidumbre de medida. En el presente ejercicio, se buscó al menos tratar de identificar todas las variables de la incertidumbre y realizar una estimación razonable, asegurándose que la forma de presentar el resultado no diera una impresión errónea de la incertidumbre. Dicha estimación razonable se basó en el conocimiento de las características del método gravimétrico y en el ámbito de la medida.



Consultoría Ambiental a Nivel Nacional
Estudios de Impacto Ambiental, Planes de Manejo Ambiental, Seguridad Industrial, Muestreo de Calidad del Aire, Mediciones de Ruido, Diseño y Fabricación de Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales
Nº. 802.003.229-2

CARTCC5742
Versión 00

A QUIEN INTERESE

EDUARDO REDONDO BARRAZA, identificado con Cedula de Ciudadanía No. 72.151.884 expedida en Barranquilla, en calidad de Gerente General de la Empresa Control de Contaminación Ltda.

CERTIFICO QUE:

Durante el periodo febrero y marzo de 2017 la empresa CONTROL DE CONTAMINACIÓN LTDA., prestó sus instalaciones, equipo y personal, para realizar ejercicio de VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS-GRAVIMETRÍA con los métodos de referencia EPA e - CFR - Título 40 Parte 50, Apéndice J y EPA e - CFR - Título 40 Parte 50, Apéndice B Alto Volumen, con la dirección de las estudiantes de la UNIVERSIDAD NACIONAL ABIERTA Y A DISTANCIA-UNAD, Adriana Segura Figueroa y Eliana Coneo Polo, con fines de construir Proyecto Aplicado para aspirar al título de Ingeniero Ambiental.

La empresa en mención autoriza la publicación de dichos datos obtenidos con fines académicos.

EDUARDO REDONDO BARRAZA
Gerente General

Calle 75 # 26 C 7 - 22, Teléfonos: 3683994 - 3687953 - 3017188
Celular(es): 310 4090586 / 312 6691510 / 312 6691455 / 312 6691489
Barranquilla, Colombia

10. REFERENCIAS

- Barrow, G. M. (1975). QUIMICA GENERAL. California: Reverté sa.
- Cabrera, n. R. (2000). Fundamentos de química analítica básica - análisis cuantitativo. Manizales: universidad de caldas.
- CEPAL (2005). Política Fiscal para la Gestión Ambiental en Colombia. Recuperado de https://books.google.es/books?hl=es&lr=&id=vV93cFJj_QC&oi=fnd&pg=PA7&dq=legislaci%C3%B3n+ambiental+en+colombia&ots=SYJQB9rhAc&sig=_RaWGVilmrYI_HKGrlAd85mhcf#v=onepage&q&f=false
- Chavez, P. (20 de 11 de 2012). Revolución Industrial. Recuperado el 21 de 09 de 2017, de <http://revoluin.blogspot.com.co/2012/11/consecuencias-de-la-revolucion.html>
- EPA (Enero 19 de 2017). Air Emission Measurement Center (EMC), Method 5. Recuperado el febrero 04 de 2017 del sitio web: <https://www.epa.gov/emc/method-5-particulate-matter-pm>
- Fernandez, A. (2005). Guia de Elaboracion y Usos de Inventario de Emisiones. mexico.
- Gomez, M. (2005). Politica Fiscal para la Gestion Ambiental en Colombia. Santiago de Chile: Publicaciones de las Naciones Unidas .
- IDEAM (2014). Calidad del Aire. Bogotá. Recuperado del sitio Web: <http://www.ideam.gov.co/web/contaminacion-y-calidad-ambiental/calidad-del-aire>
- Legal Information Institute LII (2017). Title 40, Part 50, Appendix B, Recuperado del Sitio web: https://www.law.cornell.edu/cfr/text/40/appendix-B_to_part_50
- Martinez , E., & Diaz de mera, Y. (2004). CONTAMINACION ATMOSFERICA . La Mancha: Ediciones de la universidad de Castilla.
- MATALLANA, A. C. (10 de MARZO de 2015). Instituto Nacional de Vigilancia de Medicamentos y Alimentos - INVIMA. Obtenido de <https://www.invima.gov.co/images/pdf/intranet/s-medicamentos-y-productos/Memorias%20virtuales%20de%20nuestros%20objetivo/VALIDACION%20DE%20TECNICAS%20ANALITICAS.pdf>
- MetAs. (2003). Aplicación Metrológica de los Estudios r&R (Repetibilidad y Reproducibilidad). MetAs & Metrólogos Asociados. México. Recuperado del Sitio Web: <http://www.metas.com.mx/guiamet/la-guia-metas-03-11-r-r.pdf>

- Ministerio de Ambiente Vivienda y Desarrollo Territorial. MAVDT (2007). Protocolo para el Monitoreo y Seguimiento de la Calidad del Aire. Recuperado del Sitio Web: https://www.cortolima.gov.co/sites/default/files/images/stories/calidadAire/protocolo_monitoreo_calidad_aire.pdf
- Ministerio de ambiente, v. Y. (2008). Protocolo para el monitoreo y seguimiento de la. Bogota.
- Ministerio de Ambiente, V. y. (2010). Política de Prevención y Control de la Contaminación del Aire. Bogotá: Dirección de Desarrollo Sectorial Sostenible.
- MONROY, D. (18 de 11 de 2015). metodosgravimetricos.blogspot. Recuperado el 20 de 09 de 2017, de <http://metodosgravimetricos.blogspot.com.co/2015/11/>
- Ruiz limon, r. (2006). Historia y evolucion del pensamiento científico. Obtenido de <https://books.google.com.co/books?id=-vw3cgaaqbaj&pg=pa14&dq=es+aquel+m%c3%a9todo+de+investigaci%c3%b3n+que+consiste+en+la+desmembraci%c3%b3n+de+un+todo,+descomponi%c3%a9ndolo+en+sus+partes+o+elementos+para+observar+las+causas,+la+naturaleza+y+los+efectos>
- Skoog, d., & west, d. (1986). Introduccion a la quimica analitica. Barcelona : reverté sa .
- TP, L. (2017). materiales e instrumentos de un laboratorio quimico. Obtenido de <https://www.tplaboratorioquimico.com/laboratorio-quimico/materiales-e-instrumentos-de-un-laboratorio-quimico/balanza-analitica.html>